

# PATENT COOPERATION TREATY

EO/US  
PCT/EP98/07290

**PCT**

## NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Assistant Commissioner for Patents  
United States Patent and Trademark  
Office  
Box PCT  
Washington, D.C.20231  
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing: 21 October 1999 (21.10.99)	
International application No.: PCT/EP98/07290	Applicant's or agent's file reference: 197 52 128/PCT
International filing date: 13 November 1998 (13.11.98)	Priority date: 25 November 1997 (25.11.97)
Applicant: CHMELIR, Miroslav et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International preliminary Examining Authority on:  
04 May 1999 (04.05.99)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was

☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

<p>The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland</p> <p>Facsimile No.: (41-22) 740.14.35</p>	<p>Authorized officer:</p> <p>J. Zahra</p> <p>Telephone No.: (41-22) 338.83.38</p>
--	--

09/554097  
Translation  
5636

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 197 52 128/PCT	<b>FOR FURTHER ACTION</b> See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP98/07290	International filing date (day/month/year) 13 November 1998 (13.11.98)	Priority date (day/month/year) 25 November 1997 (25.11.97)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C08F 6/00		
Applicant STOCKHAUSEN GMBH & CO. KG		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet.

☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 4 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 04 May 1999 (04.05.99)	Date of completion of this report 17 February 2000 (17.02.2000)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP98/07290

## I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of *(Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.)*:

- ☐ the international application as originally filed.
- ☒ the description, pages 1,3-15, as originally filed,  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
 pages 2,2a, filed with the letter of 29 November 1999 (29.11.1999),  
 pages \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.
- ☒ the claims, Nos. \_\_\_\_\_, as originally filed,  
 Nos. \_\_\_\_\_, as amended under Article 19,  
 Nos. \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
 Nos. 1-9, filed with the letter of 29 November 1999 (29.11.1999),  
 Nos. \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_, as originally filed,  
 sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the demand,  
 sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_,  
 sheets/fig \_\_\_\_\_, filed with the letter of \_\_\_\_\_.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages \_\_\_\_\_
- ☒ the claims, Nos. 10,11
- ☐ the drawings, sheets/fig \_\_\_\_\_

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:

# INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.  
PCT/EP 98/07290

## V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

### 1. Statement

Novelty (N)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-9	YES
	Claims		NO

### 2. Citations and explanations

- Claims 1 to 9 are novel and inventive under PCT Article 33(2) and (3).

Document D2, US-A-4 766 173, discusses in Claims 1 to 3 a method for producing acrylates with a low residual monomer content.

Cysteine and lysine are used.

However, document D2 does not disclose the fact that the acrylic acid must be neutralised prior to polymerisation.

**VERTR ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT  
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS**

# PCT

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts <b>197 52 128/PCT</b>	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen <b>PCT/EP 98/ 07290</b>	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) <b>13/11/1998</b>	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) <b>25/11/1997</b>
Anmelder  <b>STOCKHAUSEN GMBH &amp; CO. KG et al.</b>		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.

☒ Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

**1. Grundlage des Berichts**

a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

☐ Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das

☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.

☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.

☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.

☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.

☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ **Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen** (siehe Feld I).

3. ☐ **Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung** (siehe Feld II).

**4. Hinsichtlich der Bezeichnung der Erfindung**

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

**5. Hinsichtlich der Zusammenfassung**

☒ wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.

☐ wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. ---

☐ wie vom Anmelder vorgeschlagen

☐ weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.

☐ weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.

☐ keine der Abb.

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 C08F6/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 C08F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 37 24 709 A (STOCKHAUSEN CHEM FAB GMBH) 2. Februar 1989 siehe Zusammenfassung; Ansprüche; Tabelle 3 siehe Seite 4, Zeile 1 - Zeile 4 ---	1-11
X	DE 195 29 348 A (STOCKHAUSEN CHEM FAB GMBH) 13. Februar 1997 siehe Zusammenfassung; Ansprüche; Beispiel 1 siehe Seite 4, Zeile 6 - Zeile 33 ---	1-11
X	US 4 766 173 A (BAILEY KRISTY M ET AL) 23. August 1988 siehe Zusammenfassung; Ansprüche; Tabellen siehe Spalte 2, Zeile 10 - Zeile 12 --- -/--	1-11



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&amp;" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

3. März 1999

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

15/03/1999

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Mettler, R-M

## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 505 163 A (NALCO CHEMICAL CO) 23. September 1992 in der Anmeldung erwähnt siehe Zusammenfassung; Ansprüche siehe Seite 5, Zeile 1 - Zeile 5 ---	1-11
X	EP 0 303 518 A (AMERICAN COLLOID CO) 15. Februar 1989 in der Anmeldung erwähnt siehe Seite 3, Zeile 20 - Zeile 63; Beispiel 2 -----	1-11

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/07290

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3724709	A	02-02-1989	US 4929717 A	29-05-1990
DE 19529348	A	13-02-1997	CN 1197462 A	28-10-1998
			WO 9706190 A	20-02-1997
			EP 0843690 A	27-05-1998
US 4766173	A	23-08-1988	DE 3816252 A	24-11-1988
			GB 2211851 A,B	12-07-1989
EP 0505163	A	23-09-1992	DE 69212025 D	14-08-1996
			DE 69212025 T	05-12-1996
			JP 5078412 A	30-03-1993
EP 0303518	A	15-02-1989	AU 2101088 A	02-03-1989
			DE 3878500 A	25-03-1993
			JP 1126310 A	18-05-1989
			KR 130652 B	07-04-1998
			US 4985518 A	15-01-1991



## C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 505 163 A (NALCO CHEMICAL CO) 23. September 1992 in der Anmeldung erwähnt siehe Zusammenfassung; Ansprüche siehe Seite 5, Zeile 1 - Zeile 5 ---	1-11
X	EP 0 303 518 A (AMERICAN COLLOID CO) 15. Februar 1989 in der Anmeldung erwähnt siehe Seite 3, Zeile 20 - Zeile 63; Beispiel 2 -----	1-11

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/07290

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3724709 A	02-02-1989	US 4929717 A	29-05-1990
DE 19529348 A	13-02-1997	CN 1197462 A	28-10-1998
		WO 9706190 A	20-02-1997
		EP 0843690 A	27-05-1998
US 4766173 A	23-08-1988	DE 3816252 A	24-11-1988
		GB 2211851 A, B	12-07-1989
EP 0505163 A	23-09-1992	DE 69212025 D	14-08-1996
		DE 69212025 T	05-12-1996
		JP 5078412 A	30-03-1993
EP 0303518 A	15-02-1989	AU 2101088 A	02-03-1989
		DE 3878500 A	25-03-1993
		JP 1126310 A	18-05-1989
		KR 130652 B	07-04-1998
		US 4985518 A	15-01-1991

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM  
GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

REC'D 21 FEB 2000

WIPO PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT



(Artikel 36 und Regel 70 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 197 52 128/PCT	<b>WEITERES VORGEHEN</b> siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsbericht (Formblatt PCT/IPEA/416)	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP98/07290	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 13/11/1998	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Tag) 25/11/1997
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C08F6/00		
Anmelder STOCKHAUSEN GMBH & CO. KG et al.		

1. Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationale vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
2. Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 4 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
- ☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).
- Diese Anlagen umfassen insgesamt 4 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☐ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags  04/05/1999	Datum der Fertigstellung dieses Berichts  17.02.00
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:   Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter  Boonen, J  Tel. Nr. +49 89 2399 8513  

**I. Grundlage des Berichts**

1. Dieser Bericht wurde erstellt auf der Grundlage (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten.*):

**Beschreibung, Seiten:**

1,3-15                      ursprüngliche Fassung

2,2a                      eingegangen am                      30/11/1999    mit Schreiben vom    29/11/1999

**Patentansprüche, Nr.:**

1-9                      eingegangen am                      30/11/1999    mit Schreiben vom    29/11/1999

2. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung,              Seiten:  
☒ Ansprüche,              Nr.:                      10,11  
☐ Zeichnungen,              Blatt:

3. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)):

4. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

**V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

**1. Feststellung**

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	1-9
	Nein: Ansprüche	
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	1-9
	Nein: Ansprüche	
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-9
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen

**siehe Beiblatt**

**Zu Punkt V**

**Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung**

1. Die Ansprüche 1 bis 9 sind neu und erfinderisch im Sinne von Artikel 33(2,3) PCT.

Das Dokument D2 US-A-4 766 173 erläutert in den Ansprüchen 1 bis 3 ein Verfahren zur Herstellung von Acrylaten mit niedrigem Restmonomergehalt.

Dabei werden Lysine und Cysteine verwendet.

Das Dokument D2 erläutert jedoch nicht, dass die Acrylsäure vor der Polymerisation neutralisiert werden muss.

unschädliche Derivate aus dem Polymerisat zu entfernen. So wurden in den DE-AS 1 070 377 und US 2,960,486 die wäßrigen Lösungen von hochmolekularen Acrylamidpolymerisaten mit Natriumdisulfitlösung vermischt und bei 80 bis 120°C getrocknet. Diese Verfahren setzen eine Verarbeitung des Polymerisats in sehr verdünnter  
5 (2 bis 3%iger) Polymerlösung voraus, was unwirtschaftlich ist, und daher wurden diese Methoden in der Praxis kaum angewandt.

Die Behandlung von Polymergel mit wäßriger Lösung von Natriumbisulfit oder -metabisulfit wurde in der US 3,755,280 und mit einem festen Alkalisulfit in der EP 175 554  
10 beschrieben, wobei Restmonomergehalte von 0,03 bis 0,3 Gew% erhalten wurden. Zum gleichen Zweck wurden in der JP-PS 56/103207 ebenfalls Bisulfite, Sulfite und Pyrosulfite verwendet. Gasförmiges Schwefeldioxid wurde zur Herabsetzung der Acrylamidkonzentration in einem Emulsionspolymerisat in der US 3,780,006 benutzt. In der EP 505 163 wurden Polymerisate nach der beendeten Polymerisation mit einer Kombination  
15 von Metabisulfit und oberflächenaktiven Substanz (HLB von 3 bis 40) behandelt, wodurch Restmonomergehalte bis zu 10 ppm gesenkt werden. Für diese Nachbehandlung der Polymergele wurden 2 bis 5 Gew% Metabisulfit (bez. auf das Polymergel mit 40 % wS, d.h. 5 bis 12,5 Gew% Metabisulfit bez. auf das trockene Polymerisat) notwendig um die gewünschte Restmonomersenkung zu erreichen. Diese hohen Mengen an Zusatzstoffen  
20 können sich sehr negativ auf die anwendungstechnischen Eigenschaften auswirken.

EP 303 518 A2 beschreibt Verfahren zur Herstellung von absorbierenden Polymeren auf Basis von Acrylsäure/Acrylamid, bei dem erfindungsgemäß ein hoher Neutralisationsgrad von 70 bis 100 Mol%, eine hohe Monomerkonzentrationen von mindestens 50% und eine  
25 Kombination aus thermisch zerfallenden Azo- und Redox-Initiatoren eingesetzt wird. Durch diese Bedingungen verläuft die Reaktion in der Weise, daß bereits während der Polymerisation alles Ansatzwasser verdampft, so daß eine nachfolgende Trocknung unterbleiben kann und die Restmonomergehalte unter 500 ppm, bevorzugt unter 200 ppm absinken sollen. Restmonomergehalte der Beispielsversuche sind nicht angegeben.

30

In der DE 37 24 709 A1 wird ein Verfahren zur Herstellung von Polymerisaten mit niedrigem Restmonomergehalt beschrieben, bei dem die Polymerisate nach ihrer Herstellung

2.1

in gequollener Form als Gel oder in Lösung mit Verbindungen umgesetzt werden, die mit den Doppelbindungen der Restmonomeren bei 50 bis 150°C reagieren.

In der US 4,766,173 erfolgt die Reduzierung von Acrylsäure-Restmonomer in

- 5 Polymerisaten durch die nachträgliche Behandlung der Polymerisate mit Aminosäuren vom Typ Lysin und Cystein bei Temperaturen ab 80°C.

WO 94/20547 beschreibt Zusätze wie Bromat und Chlorat zur Polymerisationslösung und eine nachfolgende Erhitzung des fertigen Polymers, bei dem durch die Zusätze u.a. eine



## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung wasserlöslicher bzw. wasserquellbarer synthetischer Polymerisate durch radikalische Polymerisation von mit basischen Stickstoffverbindungen teilweise- oder völlig neutralisierten Acrylsäure- und/oder Acrylsäurederivaten in wäßriger Lösung, **dadurch gekennzeichnet**, daß durch eine nachträgliche Erwärmung der Polymerisate bei einer Temperatur von 120 bis 240°C sehr niedrige Restmonomergehalte erhalten werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Stickstoffverbindung Ammoniak, Ammoniumhydroxid, Hydroxylamin, Alkanolamine oder Alkylamine bzw. deren Gemische verwendet werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Stickstoffverbindung bevorzugt Ammoniak, Ammoniumhydroxid, Mono- oder Diethanolamin verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Neutralisation der sauren Monomerkomponente mit der Stickstoffverbindung bis zu einem Neutralisationsgrad von 10 bis 100 % durchgeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4 dadurch gekennzeichnet, daß Monomere auf Basis der Acrylsäure, Methacrylsäure oder Derivaten dieser Carbonsäuren polymerisiert werden, vorzugsweise als Homo- oder Copolymerisate der Acryl-, Methacrylsäure, Acrylamidopropansulfonsäure, den Alkali- oder Ammoniumsalzen dieser Carbonsäuren, des Acryl- oder Methacrylamids und deren Derivaten, des Vinylpyrrolidons, sowie als Copolymerisate untereinander oder mit anderen nur teilweise wasserlöslichen Monomeren wie z.B. Vinylacetat verwendet werden.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich wenigstens ein Vernetzer auf Basis eines bi- oder polyfunktionellen Monomers verwendet wird.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymerisat bei einer Temperatur von 140 bis 180°C erwärmt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß Polymerisate mit einem
- 5 Gehalt an Restmonomer von kleiner 50 ppm, bevorzugt kleiner 30 ppm entstehen.
9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß Polymerisate mit einem Restgehalt an Acrylamid von kleiner 10 ppm entstehen.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

National Application No

PCT/EP 98/07290

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C08F6/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C08F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 37 24 709 A (STOCKHAUSEN CHEM FAB GMBH) 2 February 1989 see abstract; claims; table 3 see page 4, line 1 - line 4 ---	1-11
X	DE 195 29 348 A (STOCKHAUSEN CHEM FAB GMBH) 13 February 1997 see abstract; claims; example 1 see page 4, line 6 - line 33 ---	1-11
X	US 4 766 173 A (BAILEY KRISTY M ET AL) 23 August 1988 see abstract; claims; tables see column 2, line 10 - line 12 --- -/--	1-11

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 March 1999

Date of mailing of the international search report

15/03/1999

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mettler, R-M

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 98/07290

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 3724709 A	02-02-1989	US 4929717 A	29-05-1990
DE 19529348 A	13-02-1997	CN 1197462 A	28-10-1998
		WO 9706190 A	20-02-1997
		EP 0843690 A	27-05-1998
US 4766173 A	23-08-1988	DE 3816252 A	24-11-1988
		GB 2211851 A, B	12-07-1989
EP 0505163 A	23-09-1992	DE 69212025 D	14-08-1996
		DE 69212025 T	05-12-1996
		JP 5078412 A	30-03-1993
EP 0303518 A	15-02-1989	AU 2101088 A	02-03-1989
		DE 3878500 A	25-03-1993
		JP 1126310 A	18-05-1989
		KR 130652 B	07-04-1998
		US 4985518 A	15-01-1991